

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

8



fe <sandra.feyerabend@basf-ag.de> am 09.09.99 16:16:22

Bitte antworten an fe <sandra.feyerabend@basf-ag.de>

An: Zdw Patentschriftensammlung/ZD/BASF-AG/BASF
Kopie: Sandra Feyerabend/ZD/BASF-AG/BASF
Thema: Patentbestellung

Bestellung von Patentschriften

Benutzername : fe
Mailadresse : sandra.feyerabend@basf-ag.de
Auftragsnummer: I0020040

Sandra Feyerabend
BASF AG
ZDX/G
C 100
49002
21183

DE 01964405

Exemplare: 1

Die gewünschte Lieferung erfolgt per: Post

Zusätzliche Notizen des Benutzers:
interner Vermerk fe: 48937/IDS/UP

~~noch nicht veröffentlicht~~

8

1
6
7

51

Int. Cl.: C 07 c, 33/02

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 12 a, 19/03

16

17

21

22

43

Offenlegungsschrift 1964 405

Aktenzeichen: P 19 64 405.4

Anmeldetag: 23. Dezember 1969

Offenlegungstag: 1. Juli 1971

Ausstellungspriorität: —

24

Unionspriorität: —

28

Datum: —

33

Land: —

31

Aktenzeichen: —

54

Bezeichnung: Alk-1-en-6-ole

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: Badische Anilin- & Soda-Fabrik AG, 6700 Ludwigshafen

Vertreter: —

72

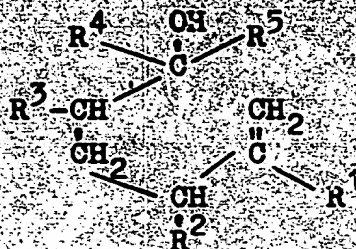
Als Erfinder benannt: Himmele, Walter, Dr., 6909 Walldorf;
Hoffmann, Werner, Dr., 6700 Ludwigshafen

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960):

1964405

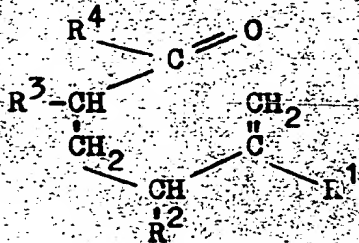
Patentansprüche

1. Alk-1-en-6-ole der allgemeinen Formel




in der R^1 und R^4 Methyl- oder Äthylgruppen, R^2 und R^3 Wasserstoff oder Methylgruppen und R^5 Wasserstoff oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 6 C-Atomen bedeuten.

2. 2,6-Dimethylhept-1-en-6-ol.
3. 2,3,6-Trimethylhept-1-en-6-ol.
4. 2,6-Dimethyloct-1-en-6-ol.
5. 2,6,7-Trimethyloct-1-en-6-ol.
6. 2-Methyl-hept-1-en-6-ol.
7. Verfahren zur Herstellung der Alk-1-en-6-ole gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Alk-1-en-6-on der allgemeinen Formel II



mit einer metallorganischen Verbindung $M - R^5$, in der M ein Alkalimetall oder den Erdalkalimetallhalogenrest einer Grignard-Verbindung bedeutet, und R^5 eine definitionsgemäße Alkylgruppe ist, umsetzt oder, sofern R^5 Wasserstoff ist, daß man die Carbonylgruppe zur Hydroxylgruppe reduziert.

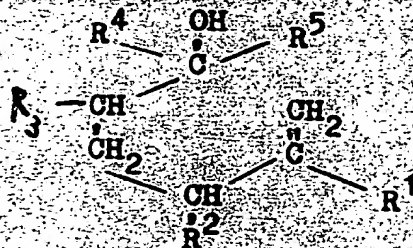
 Badische Anilin- & Soda-Fabrik AG

Unsere Zeichen: 0.2.26 537 M1/Pe

6700 Ludwigshafen, den 22. 12. 1969

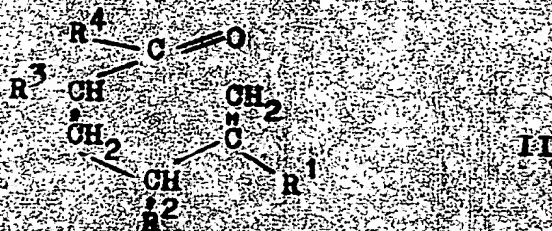
Alk-1-en-6-ole

Die vorliegende Erfindung betrifft Alk-1-en-6-ole der allgemeinen Formel I



in der R^1 und R^4 Methyl- oder Äthylgruppen, R^2 und R^3 Wasserstoff oder Methylgruppen und R^5 Wasserstoff oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 6 C-Atomen bedeuten.

Es wurde gefunden, daß man diese Verbindungen in an sich bekannter Weise erhält, wenn man ein Alk-1-en-6-on der allgemeinen Formel II



mit einer metallorganischen Verbindung $\text{M} - \text{R}^5$, in der M ein Alkalimetall oder den Erdalkalimetallhalogenrest einer Grignard-Verbindung bedeutet, und R^5 eine der definitionsgemäßen Alkylgruppen ist, umsetzt oder, sofern R^2 Wasserstoff ist, daß man die Carbonylgruppe zur Hydroxylgruppe reduziert.

Die Ausgangsverbindungen II sind bekannt oder nach bekannten Methoden zugänglich, z. B. durch Umsetzung von Alkenylketonen $\text{R}^4 - \text{CO} - \text{CH} = \text{CH}_2$ mit Olefinen $\text{R}^2\text{O} - \text{CH} = \text{CH}_2$. Besondere Bedeutung unter den Verbindungen II hat das 2-Methylhept-1-

4

1964405
O.Z. 26 537

-2-

en-6-on, das 2-Athylhept-1-en-6-on, das 2,3-Dimethylhept-1-en-6-on, das 2,5-Dimethylhept-1-en-6-on und das 2-Methyloct-1-en-6-on.

Unter den metallorganischen Verbindungen $M - R^5$ werden die Grignardverbindungen des Typs $R^5 - MgCl$ aus wirtschaftlichen Gründen bevorzugt. Im Hinblick auf die Eigenschaften der Verfahrensprodukte I sind Methyl- und Athylmagnesiumchlorid besonders wichtig. Die Umsetzung der metallorganischen Verbindung $M - R^5$ mit II wird nach den allgemein üblichen Methoden vorgenommen, so daß sich nähere Ausführungen hierüber erübrigen. Das gleiche gilt für den Fall $R^5 = H$, für die Reduktion der Ketone II zu den entsprechenden Alkoholen, die man z. B. mit Natriumborant ausführen kann, sowie für die Isolierung und Reindarstellung der Verbindungen I.

Die erfindungsgemäßen Alk-1-en-6-ole zeichnen sich durch neuartigen und charakteristischen Duft aus und finden in dieser Eigenschaft für die vielfältigsten Zwecke in der Parfümerie und Kosmetik und zur geruchlichen Verbesserung von Industrieerzeugnissen wie Waschpulvern, Leimen, Kunststoffdispersionen u. dergl. Verwendung. Die Substanzen I weisen im allgemeinen einen linaloolartigen Geruch auf, sind im Vergleich zum Linalool jedoch beständiger gegen Säuren und Alkalien, so daß sie sich besonders zur Parfümierung von Seifen und sonstigen Waschmitteln eignen.

Beispiel 1

2,6-Dimethylhept-1-en-6-ol

Man versetzt eine in üblicher Weise hergestellte Lösung aus 89,5 g (0,2 Mol) Methylmagnesiumchlorid und 300 ml Tetrahydrofuran bei 20 °C allmählich mit 126 g (1 Mol) 2-Methylhept-1-en-6-on und arbeitet das Reaktionsgemisch danach in ebenfalls bekannter Weise auf das 2,6-Dimethylhept-1-en-6-ol auf. Die Ausbeute an reinem Produkt beträgt 91 %;

$K_p = 40 \text{ bis } 45 \text{ °C/0,7 Torr}$; $n_D^{25} = 1,4427$.

Die Verbindung riecht bergamotteartig mit einziger Note.

Beispiele 2 bis 4

Auf die in Beispiel 1 angegebene Weise erhält man

- 2.) aus 2,3-Dimethylhept-1-en-6-on und Methylmagnesiumchlorid das 2,3,6-Trimethylhept-1-en-6-on; Ausbeute 90 %;
Kp = 87 bis 89 °C/19 Torr; $n_D^{25} = 1,4456$;
Duftnote: linaloolartig jedoch mit Campfernote.
- 3.) aus 2-Methylhept-1-en-6-on und Äthylmagnesiumbromid das 2,6-Dimethyloct-1-en-6-ol; Ausbeute 75 %; Kp = 86 °C/11 Torr; $n_D^{25} = 1,4473$; Duftnote: fliederartig.
- 4.) aus 2-Methylhept-1-en-6-on und Isopropylmagnesiumbromid das 2,6,7-Trimethyloct-1-en-6-ol; Ausbeute 55 %;
Kp = 97 bis 98 °C/12 Torr; $n_D^{25} = 1,4502$;
Duftnote: fruchtig in Richtung Pfirsich, Aprikose.

Beispiel 56-Methylhept-6-en-2-ol

Man versetzt eine Lösung aus 126 g 6-Methylhept-6-en-2-on und 250 ml Äthanol bei Raumtemperatur portionsweise mit 10 g Natriumborant, lässt das Gemisch noch 5 Stunden nachreagieren und arbeitet es sodann wie üblich auf das Verfahrensprodukt auf. Die Ausbeute beträgt 76 %; Kp = 89 bis 91 °C/22 Torr; $n_D^{25} = 1,4422$.
Duftnote: linaloolartig mit grüner Note.